(19)대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(51) 。Int. Cl.
*H05B 33/10* (2006.01)

(11) 공개번호 10-2006-0060541
(43) 공개일자 2006년06월05일

(21) 출원번호 10-2005-0075481
(22) 출원일자 2005년08월18일

(30) 우선권주장 JP-P-2004-00347203 2004년11월30일 일본(JP)

(71) 출원인 세이코 엡슨 가부시키가이샤
일본 도쿄도 신주쿠구 니시신주쿠 2초메 4-1

(72) 발명자 후카세 아키오
일본국 나가노켄 스와시 오와 3-3-5 세이코 엡슨 가부시키가이샤내

(74) 대리인 문두현
문기상

심사청구 : 있음

# (54) 발광 재료 및 유기 E L 장치와 그 제조 방법

## 요약

본 발명은 복수의 성분이 상 분리를 일으키지 않고, 원하는 비로 균일하게 혼재하는 발광층의 형성을 가능하게 하는 발광 재료와, 이것을 사용한 유기 E L 장치의 제조 방법, 유기 E L 장치를 제공하는 것을 과제로 한다.

액상법에 의한 성막에 사용되는 성막 재료이고, 또한 발광층을 형성하기 위한 발광 재료이다. 복수의 막 형성 성분과 이들 막 형성 성분을 용해하는 용매로 이루어지는 용액으로서, 형성하는 발광층 내에서의 각 막 형성 성분의 소망비에 편중되고, 각 막 형성 성분이 소망비와 거의 같은 비(比)로 조제되어 용매에 용해되어 있다. 용액의 소정 온도에서의 각 막 형성 성분의 포화 농도가 소망비의 편중에 대응하여 편중되어 있다.

## 대표도

도 1

## 색인어

발광 재료, 유기 E L 장치, 액상체, 막 형성 성분

## 명세서

## 도면의 간단한 설명

도 1은 본 발명에 관한 유기 E L 장치의 제조 방법의 공정을 나타내는 단면도.

도 2는 도 1에 계속되는 유기 E L 장치의 제조 방법의 공정을 나타내는 단면도.

도 3은 도 2에 계속되는 유기 E L 장치의 제조 방법의 공정을 나타내는 단면도.

도 4는 도 3에 계속되는 유기 E L 장치의 제조 방법의 공정을 나타내는 단면도.

도 5는 도 4에 계속되는 유기 E L 장치의 제조 방법의 공정을 나타내는 단면도.

도 6은 도 5에 계속되는 유기 E L 장치의 제조 방법의 공정을 나타내는 단면도.

도 7은 전자 기기의 1 실시 형태를 나타내는 도면.

* 도면의 주요 부분에 대한 부호의 설명 *

17 … 액상체(발광 재료),

18 a , 18 b , 18 c … 발광층,

100 … 유기 E L 장치

## 발명의 상세한 설명

### 발명의 목적

#### 발명이 속하는 기술 및 그 분야의 종래기술

본 발명은, 유기 E L 장치에서의 발광층의 형성에 매우 적합하게 사용되는 발광 재료와, 이 발광 재료를 사용한 유기 E L 장치의 제조 방법, 및 유기 E L 장치에 관한 것이다.

최근, 자발 발광형 디스플레이로서 발광층에 유기물을 사용한 유기 일렉트로루미네선스 소자(이하, 유기 E L 소자라고 칭함)의 개발이 진행되고 있다. 유기 E L 소자는, 유기 재료로 이루어지는 박막을 제1 전극과 제2 전극 사이에 삽입한 구조를 가지며, 두 개의 전극으로부터 주입된 캐리어를 유기 박막 안에서 재결합시킴으로써 발광을 이루는 소자이다.

이러한 유기 E L 소자를 다수 구비하여 이루어지는 유기 E L 장치는, 박형·경량이라는 특징을 가지고 있다. 또, 예를 들면 특허문헌 1에 나타낸 바와 같은 잉크젯법으로 대표되는 액상법에 의해 도포·성막을 행하도록 하면, 유기 박막을 광범위하고 균일하게 성막할 수 있고, 따라서 대형의 플랫 패널 디스플레이에의 응용도 기대할 수 있다.

또, 근래에는 발광 재료의 삼중항 여기 상태에 기인하는 인광을 발광에 사용하도록 한, 고효율의 유기 E L 소자가 제안되고 있어, 보다 소비 전력이 작은 디스플레이에의 응용이 기대되고 있다. 이러한 인광에 의한 발광을 가능하게 한 발광 재료, 즉 인광 재료는 일반적으로는 캐리어 수송 기능을 가지는 호스트 재료와, 인광 발광 기능을 가지는 게스트 재료로 이루어지는 2 성분계의 혼합 재료이다. 따라서, 이러한 인광 재료로 이루어지는 발광층으로서는, 상기의 호스트 재료와 게스트 재료가 균일하게 혼재된(서로 섞인) 상태에 있을 필요가 있다.

[특허문헌 1] 일본공개특허 2004-140004호 공보

#### 발명이 이루고자 하는 기술적 과제

그러나, 2 성분계의 혼합 재료인 인광 재료를 사용하여 잉크젯법 등의 액상법으로 발광층을 형성하도록 한 경우에는, 이하에 언급하는 과제가 있다.

두 개의 다른 재료(용질)로 이루어지는 2 성분계의 재료를 사용하여 성막하는 경우, 우선, 이들 두 개의 다른 재료를 하나의 용매계에 용해시킬 필요가 있다. 그리고, 이와 같이 두 개의 재료(용질)를 하나의 용매계에 용해시켜서 이루어지는 용액을 화소 등의 원하는 부분에 배치한 후 용매를 건조시킴으로써, 각 재료(용질)를 석출시켜 막으로 한다.

그런데, 얻어지는 막에서, 그 두개의 다른 성분(재료)을 균일하게 혼재시키기 위해서는, 소정의 온도, 예를 들면 건조 온도에서 두 개의 용질(성분)이 동시에 석출될 필요가 있다. 이와 같이 동시에 석출하지 않고, 시간적으로 어긋나 석출되어 버리면, 두 개의 용질(성분)이, 예를 들면 화소 내에서의 위치에 따라 차이가 존재하여, 이른바 상 분리를 일으키게 된다. 그 결과, 양호한 발광을 얻을 수 없게 되어 버리는 것이다.

본 발명은 상기 사정에 감안하여 이루어진 것으로서, 그 목적으로 하는 바는, 복수의 성분이 상 분리를 일으키지 않고, 원하는 비로 균일하게 혼재하는 발광층의 형성을 가능하게 하는 발광 재료와, 이것을 사용한 유기 E L 장치의 제조 방법, 및 유기 E L 장치를 제공하는 것에 있다.

## 발명의 구성 및 작용

본 발명의 발광 재료는, 액상법에 의한 성막에 사용되는 성막 재료이며, 또한, 발광층을 형성하기 위한 발광 재료로서,

복수의 막 형성 성분과 이들 막 형성 성분을 용해하는 용매로 이루어지는 용액이며,

형성하는 발광층 안에서의 각 막 형성 성분의 소망비에 편중되고, 상기 각 막 형성 성분이 상기 소망비와 거의 같은 비로 조제되어 상기 용매에 용해되어서 이루어지며,

상기 용액의 소정 온도에서의 상기 각 막 형성 성분의 포화 농도가, 상기의 편중에 대응하여 편중되어 있는 것을 특징으로 하고 있다.

이 발광 재료에 의하면, 상기 각 막 형성 성분이 상기 소망비와 거의 같은 비로 조제되고 상기 용매에 용해되어 용액으로 형성되어 있으므로, 예를 들면 이 용액(발광 재료)을 상기 소정 온도에서 건조함으로써, 이 용액 중에서 상기 각 막 형성 성분이 거의 동시에 포화 농도에 이른다. 그때, 이 용액 중에서의 상기 소정 온도에서의 각 막 형성 성분의 포화 농도가, 형성하는 발광층 안에서의 각 막 형성 성분의 소망비의 편중에 대응하여 편중되어 있으므로, 각 막 형성 성분은 상기 소망비에 대응한 편중으로 각각 석출된다. 따라서, 각 막 형성 성분이 석출됨으로써 얻어지는 발광층(막)은, 상기 소망비에 대응한 차이대로 연속적으로 성장하여 형성됨으로써, 각 막 형성 성분이 상 분리를 일으키지 않고, 원하는 비(차이)로 균일하게 혼재된 것이 된다. 따라서, 이와 같이 하여 얻어진 발광층은, 양호한 발광 특성을 갖는 것이 된다.

또, 상기 발광 재료에서는, 상기 막 형성 성분이 2종류이며, 형성하는 발광층 안에서의 각 막 형성 성분의 소망비가 $x : y$ (단, $x > y$)라고 하면, 상기 용액의 상기 소정 온도에서의 상기 각 막 형성 성분의 포화 농도의 비가, $(x \pm 0.2x) : y$ 인 것이 바람직하다.

이와 같이, 각 막 형성 성분의 소망비에 대하여, 상기 소정 온도에서의 상기 각 막 형성 성분의 포화 농도의 비를 거의 ±20% 이내로 함으로써, 예를 들면 건조 온도를 상기 소정 온도에서 약간 변경하는 등의 조작에 의해서, 석출할 때의 각 막 형성 성분의 비를, 상기 소망비에 거의 일치시키는 것이 가능해진다.

또, 상기 발광 재료에서는, 상기 막 형성 성분이 인광 재료에서의 호스트 성분과 게스트 성분인 것이 바람직하다.

이와 같이 인광 재료에 의해서 발광 재료를 형성하면, 보다 고효율의 발광을 실현하는 것이 가능하게 되고, 따라서, 예를 들면 이것을 사용하여 유기 E L 장치의 발광층을 형성함으로써, 얻어지는 유기 E L 장치의 발광 특성의 향상을 도모할 수 있다.

또, 상기 발광 재료에서는, 상기 발광 재료가 액체 방울 토출법에 의한 성막에 사용되는 재료인 것이 바람직하다.

이와 같이 하면, 잉크젯법 등의 액체 방울 토출법에 의한 성막이 가능하게 되므로, 필요량만을 원하는 부분에 선택적으로 배치하는 것이 가능하게 되고, 따라서 리소그래피법 등을 사용한 패터닝이 불필요하게 되는 등, 생산성을 향상시키고 생산 비용의 저감화를 도모할 수 있다.

본 발명의 유기 E L 장치의 제조 방법은, 상기의 발광 재료를 사용하여 성막하고, 그 후 상기의 소정 온도에서 건조함으로써 발광층을 형성하는 것을 특징으로 하고 있다.

이 유기 E L 장치의 제조 방법에 의하면, 상기의 발광 재료를 사용하여 상기 소정 온도에서 건조함으로써, 각 막 형성 성분이 석출되는 것으로 얻어지는 발광층(막)이, 상술한 바와 같이 각 막 형성 성분이 상 분리를 일으키지 않고, 원하는 비(편중)로 균일하게 혼재한 것이 된다. 따라서, 이와 같이 하여 발광층을 형성함으로써, 얻어지는 유기 E L 장치는 양호한 발광 특성을 갖는 것이 된다.

본 발명의 유기 E L 장치는, 상기의 유기 E L 장치의 제조 방법에 의해 얻어진 것이다. 따라서, 상술한 바와 같이 양호한 발광 특성을 가지는 것이 된다.

이하, 본 발명을 자세하게 설명한다.

본 발명의 발광 재료는, 액체 방울 토출법 등의 액상법에 의한 성막에 사용되는 성막 재료이며, 또한, 유기 E L 장치 등에서의 발광층을 형성하기 위한 발광 재료이다. 그리고, 이 발광 재료는, 특히 복수의 막 형성 성분(용질)과, 이들 막 형성 성분을 용해하는 용매로 이루어지는 용액이다.

막 형성 성분은, 형성하는 발광층의 구성 성분이다. 따라서, 형성하는 발광층의 성분이 복수인 경우, 용액(발광 재료) 중의 상기 막 형성 성분도, 상술한 바와 같이 복수가 된다. 이것은, 복수의 성분으로 이루어지는 발광층이 발광층으로서 양호하게 기능하기 위해서는, 상술한 바와 같이 균일하게 혼재된(서로 섞인) 상태에 있을 필요가 있기 때문이다. 구체적으로는, 이 발광 재료가 인광 재료인 경우, 막 형성 성분은 인광 재료에서의 호스트 성분과 게스트 성분의 2 성분으로 이루어져 있고, 이들이 균일하게 서로 섞여 있을 필요가 있다.

여기서, 이 복수의 성분(2 성분)은, 형성하는 발광층 안에서의 각 막 형성 성분의 소망비와 거의 같은 비(중량비)로 조제되어 상기 용매에 용해되어 있다. 즉, 복수 성분으로 이루어지는 발광층은, 그 발광 특성이 각 성분의 비(중량비)에 따라 다르며, 통상은 특정의 비에서 가장 좋은 특성을 나타낸다. 따라서, 이 특정의 비를, 본 발명에서는 「소망비」라고 규정하고 있는 것이다. 또한, 이러한 소망비(특정의 비)는, 미리 실험 등에 의해 용이하게 구할 수 있다.

또, 본 발명에서는, 용액 중의 각 막 형성 성분의 비를, 형성하는 발광층 안에서의 각 막 형성 성분의 소망비와 거의 같게 하고 있지만, 여기에서의 「거의 같은」이란, 재료의 계량 오차 등에 의해서 생긴 소망비와의 미소한 차이는, 본 발명에서는 허용되는 범위라는 의미이다.

이러한 발광 재료에서는, 형성하는 발광층 안에서의 각 막 형성 성분의 소망비에 편중이 있는 경우, 즉, 각 막 형성 성분의 비가 균등하지 않은 경우, 이 발광 재료(용액) 중의 각 막 형성 성분의 비도, 균등하지 않고 차이를 가진 상태로 조제되고 있다.

그리고 특히, 이 발광 재료에서는, 그 소정 온도에서의 상기 각 막 형성 성분의 포화 농도가, 상기의 편중에 대응하여 편중되어 있도록 조제되어 있다.

구체적으로는, 상기 막 형성 성분이, 예를 들면 상기 인광 재료에서의 호스트 성분과 게스트 성분의 2종류이며, 형성하는 발광층 안에서의 각 막 형성 성분의 소망비가 $x : y$(다만, $x > y$)라고 하면, 상기 용액의 상기 소정 온도에서의 상기 각 막 형성 성분의 포화 농도의 비가 $(x \pm 0.2x) : y$가 되고 있다. 즉, 발광층을 형성하는 복수의 막 형성 성분에 대해, 상기의 조건을 만족하도록 용매가 선택되어 사용됨으로써, 본 발명의 발광 재료가 형성되는 것이다.

여기서, 발광층을 형성하는 막 형성 성분으로서는, 호스트 성분과 게스트 성분으로 이루어지는 종래 공지의 각종의 인광 재료가 바람직하게 사용되지만, 마찬가지로 2 성분계로 형성되는 형광 재료에 대해서도, 본 발명에서는 사용 가능하다.

또, 이들을 용해하는 용매로서는, 한정되지 않았지만, 특히 본 발명의 발광 재료(용액)를 잉크젯법 등의 액체 방울 토출법으로 배치하는 경우에는, 그 비등점이 대기압하에서 200 ~ 400℃인 것이 바람직하다.

이러한 고(高)비등점 용매로서 구체적으로는, 도데실 벤젠(비등점 331℃), 시클로헥실 벤젠(비등점 240℃), 1, 2, 3, 4-테트라메틸 벤젠(비등점 203℃), 3-이소프로필비닐(비등점 290℃), 3-메틸비페닐(비등점 272℃), 4-메틸비페닐(비등점 267℃), p-아니실알콜(비등점 259℃), 1-메틸나프타렌(비등점 240~243℃), 1, 2, 3, 4-테트라히드로나프탈렌(비등점 207℃), 또는 이들 유도체 등을 들 수 있고, 이들을 단독으로, 또는 혼합물로서 사용할 수 있다.

이러한 고비등점 용매가 사용되어 조제됨으로써, 본 발명의 발광 재료는, 예를 들면 잉크젯법으로 토출되어 원하는 부분에 배치되었을 때, 용매가 곧바로 완전하게 증발하지 않고, 유기 박막 중에 잔존한다. 그리고, 가열이나 감압 등의 건조 처리가 이루어지는 것에 의해서 모두 증발하고, 표면의 평활성(平滑性)이나, 막끼리의 밀착성이 뛰어난 유기 박막(발광층)이 되는 것이다.

또한 본 발명의 발광 재료는, 잉크젯법 등의 액체 방울 토출법에만 사용되는 것은 아니며, 스핀 코트법 등의 다른 액상법에 의한 성막법에도 적용 가능하다.

이러한 발광 재료에서는, 상기 각 막 형성 성분이 상기 소망비와 거의 같은 비로 조제되고 상기 용매에 용해되어 용액으로 형성되고 있다. 따라서, 예를 들면 이 용액(발광 재료)을 상기 소정 온도에서 건조함으로써, 이 용액 중의 용매가 증발해 나가고, 결국은 용액 중에서 상기 각 막 형성 성분이 거의 동시에 포화 농도에 이른다.

즉, 이 용액 중에서의 상기 소정 온도에서의 각 막 형성 성분의 포화 농도가, 형성하는 발광층 안에서의 각 막 형성 성분의 소망비의 편중에 대응하여 편중되어 있으므로, 각 막 형성 성분 사이에 시간적인 차이를 일으키지 않고, 거의 동시에 포화 농도에 이르는 것이다. 그리고, 그 후, 각 막 형성 성분은 상기 소망비에 대응한 편중으로, 각각 석출되는 것이다.

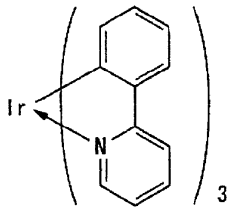
따라서, 각 막 형성 성분이 석출됨으로써 얻어지는 발광층(막)은, 상기 소망비에 대응한 편중대로 연속적으로 성장하여 형성됨으로써, 각 막 형성 성분이 상 분리를 일으키지 않고, 원하는 비(편중)로 균일하게 혼재된 것이 된다. 따라서, 이와 같이 하여 얻어진 발광층은, 양호한 발광 특성을 가지는 것이 되는 것이다.

또한, 상기 발광 재료에서는, 상기 막 형성 성분이 상기 인광 재료에서의 호스트 성분과 게스트 성분의 2종류이며, 형성하는 발광층 안에서의 각 막 형성 성분의 소망비가 $x : y$(다만, $x > y$)인 경우에, 상기 용액의 상기 소정 온도에서의 상기 각 막 형성 성분의 포화 농도의 비를, 상술한 바와 같이($x \pm 0.2x$) : $y$가 되도록 조제하는 것이 바람직하다. 이와 같이, 각 막 형성 성분의 소망비에 대해, 상기 소정 온도에서의 상기 각 막 형성 성분의 포화 농도의 비를 거의 ±20% 이내로 함으로써, 예를 들면 건조 온도를 상기 소정 온도에서 약간 변경하는 등의 조작에 의해서, 석출할 때의 각 막 형성 성분의 비를 상기 소망비에 거의 일치시킬 수 있다. 따라서, 얻어지는 발광층의 발광 특성을 더 양호하게 하는 것이 가능하다.

(실험예)

2 성분계의 재료로서 인광 발광 재료인「Tris(4-phenylpiridinolato)Ir(III)」(이하, $Ir(ppy)_3$ 라고 기재)과 「4,4-dicarbazole-4,4-biphenyl」(이하, CBP라고 기재)을 사용했다. 여기서, 이들 화합물 중, $Ir(ppy)_3$ 은 게스트 재료가 되는 것으로, 이하에 나타내는 구조를 가지고 있다.

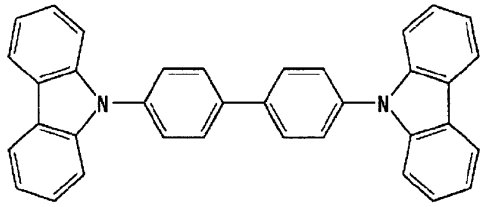
[화학식 1]




$Ir(ppy)_3$

또, CBP는 호스트 재료가 되는 것으로, 이하에 나타내는 구조를 가지고 있다.

[화학식 2]



4,4-dicarbazole-4,4-biphenyl (CBP)

우선, 이들 2종류의 재료를 유기 ＥＬ 소자의 발광층으로서 사용했을 경우의, 두 개의 재료 사이의 비율(중량비)로서, 그 발광 특성이 가장 좋아지는 특정의 비, 즉 본 발명에서의 「소망비」를 구했다. 즉, 두 개의 재료 사이의 비율(중량비)을 단계적으로 바꾼 다종류의 용액을 형성하고, 얻어진 각 용액을 스핀 코트법으로 성막하고, 발광층을 형성하여 유기 ＥＬ 소자를 형성했다. 또한, 이들 용액에서는, 용매로서 그 비등점이 낮은 것을 사용했다. 이것에 의해, 스핀 코트법으로 도포했을 때, 용매를 신속히 증발시킴으로써 용질인 상기 각 재료(Ｉｒ(ｐｐｙ)$_3$ 과 ＣＢＰ)를 거의 동시에 석출시켜, 상 분리를 일으키지 않고 발광층을 형성했다.

이와 같이 하여 각 발광층을 형성하고, 얻어진 유기 ＥＬ 소자의 발광 특성(발광 효율)을 측정한 결과, 그 중량비가, Ｉｒ(ｐｐｙ)$_3$ ：ＣＢＰ＝1：10 일 때에 가장 고효율이 되는 것을 알았다. 그래서, 이 중량비를 본 발명에서의 「소망비」로 했다.

다음에, 이들 Ｉｒ(ｐｐｙ)$_3$ 와 ＣＢＰ를, 그 「소망비」인 1：10(중량비)이 되도록 하여 용매에 용해했다. 이 용매로서는, 특히 잉크젯법에 적용 가능하게 하기 위해서, 비교적 고비등점(240℃)의 시클로헥실 벤젠(이하, ＣＨＢ라고 기재)을 사용했다. 이 ＣＨＢ는, 비교적 높은 비등점 때문에, 이것을 용매로 한 용액을 잉크젯 장치로 토출(도포)하면, 상술한 바와 같이 평활한 박막(발광층)을 얻을 수 있다.

이 용매(ＣＨＢ)에 대한 Ｉｒ(ｐｐｙ)$_3$ 과 ＣＢＰ와의 용해성에 대해서는, 특히 실온(20℃)에서, Ｉｒ(ｐｐｙ)$_3$ 과 ＣＢＰ의 포화 농도의 비가, 중량비로 약 1：10 이다. 즉, ＣＨＢ에 대해서는, 실온(20℃)에서 ＣＢＰ가 Ｉｒ(ｐｐｙ)$_3$ 에 비해, 약 10 배 용해하기 쉽게 된다.

그래서, 실제로 ＣＨＢ에 대하여, Ｉｒ(ｐｐｙ)$_3$ 과 ＣＢＰ를, 중량비로 1：10의 비율이 되도록 가하여 용해시킴으로써, 상술한 바와 같이 용액(발광 재료)을 제작했다.

그 다음에, 이 용액을 공지의 잉크젯 장치에 의해서 기판 위에 토출하고, 그 후, 이 기판을 진공 건조로에 넣고, 본 발명에서의 소정 온도가 되는 실온(20℃)에서, 약 $10^{-4}$Torr의 진공 중에서 진공(감압) 건조하고, 용매를 증발시켜 기판 위에 박막(발광층)을 형성했다.

이와 같이 하여 형성한 박막(발광층)을 전자현미경 등으로 관찰한 결과, 박막의 어느 장소에서도, Ｉｒ(ｐｐｙ)$_3$ 과 ＣＢＰ가 1：10의 비율로 균일하게 혼재되어 있어, 상 분리하고 있지 않은 것을 알 수 있었다.

또한, 소정 온도에서의 Ｉｒ(ｐｐｙ)$_3$ 과 ＣＢＰ의 포화 농도의 비가, 단계적으로 변화하도록 용매의 종류나 포화 농도의 기준이 되는 소정 온도를 바꾸고, 마찬가지로 박막(발광층)을 형성한 결과, 상기 포화 농도의 비가 1：8에서 1：12의 범위에 있는 용액에 대해서도, 예를 들면 건조 온도를 상기 소정 온도에서 약간 변경하는 등의 조작에 의해, Ｉｒ(ｐｐｙ)$_3$ 과 ＣＢＰ가 상 분리하지 않고, 상기 소망비에 거의 일치한 상태로 균일하게 혼재하는 박막을 형성할 수 있는 것을 알 수 있었다.

다음에, 이러한 발광 재료를 사용한 유기 ＥＬ 장치의 제조 방법에 대해 설명한다.

본 실시 형태의 제조 방법은, 격벽 형성 공정과, 플라즈마 처리 공정과, 정공 주입/수송층 형성 공정과, 표면 개질 공정과, 발광층 형성 공정과, 음극 형성 공정과, 밀봉 공정을 구비하여 구성되어 있다.

도 1에 나타내는 바와 같이, 격벽 형성 공정에서는, 필요에 따라서 ＴＦＴ 등(도시 생략)이 미리 설치되어 있는 기판(10)에 형성된 ＩＴＯ 등으로 이루어지는 투명 전극(11) 위에, 무기물 뱅크층(12ａ)과 유기물 뱅크층(12ｂ)을 순차 적층함으로써, 각 화소 영역을 차단하는 뱅크층(격벽)(12)을 형성한다.

무기물 뱅크층(12ａ)은, 예를 들면 ＣＶＤ법, 스퍼터법, 증착법 등에 의해서 기판(10) 및 투명 전극(11)의 전체면에 $SiO_2$, $TiO_2$, ＳｉＮ 등의 무기물 막(도시 생략)을 형성하고, 다음에 이 무기물 막을 에칭 등에 의해 패터닝하여, 투명 전극(11) 위의 화소 영역에 개구부(13ａ)를 설치함으로써 형성한다. 다만, 이때, 무기물 뱅크층(12ａ)을 투명 전극(11)의 가장자리부까지 남겨두는 것으로 한다. 또, 무기물 뱅크층(12ａ)의 막 두께는 50 ~ 200nm의 범위가 바람직하고, 특히 150nm가 좋다.

다음에, 기판(10), 투명 전극(11), 무기물 뱅크층(12ａ)의 전체면에, 유기물 막(도시 생략)을 형성한다. 이 유기물 막은, 아크릴 수지, 폴리이미드 수지 등의 유기 수지를 용매에 녹인 것을, 스핀 코트, 딥 코트 등에 의해 도포하여 형성한다. 그리고, 이 유기물 막을 포토리소그래피 기술 등에 의해 에칭하여 개구부(13ｂ)를 형성함으로써, 유기물 뱅크층(12ｂ)으로 한다. 이 유기물 뱅크층(12ｂ)의 개구부(13ｂ)는, 도 1에 나타내는 바와 같이, 무기물 뱅크층(12ａ)의 개구부(13ａ)보다 약간 넓게 형성하는 것이 바람직하다. 이것에 의해, 투명 전극(11) 위에, 무기물 뱅크층(12ａ) 및 유기물 뱅크층(12ｂ)을 관통하는 개구부(13)가 형성된다. 또한, 개구부(13)의 평면 형상은, 원형, 타원, 사각형, 스트라이프 중 어느 형상이라도 상관없지만, 잉크 조성물에는 표면 장력이 있기 때문에, 사각형 등의 경우에는, 모서리부를 둥글게 하는 것이 바람직하다.

다음에 플라즈마 처리 공정에서는, 뱅크층(12)의 표면에, 친잉크성을 나타내는 영역과, 발잉크성을 나타내는 영역을 형성한다. 이 플라즈마 처리 공정은, 예비 가열 공정과, 전체면을 친잉크성으로 하는 친잉크화 공정과, 유기물 뱅크층(12ｂ)을 발잉크성으로 하는 발잉크화 공정과, 냉각 공정으로 대별된다.

예비 가열 공정에서는, 뱅크층(12)을 포함한 기판(10)을 소정의 온도까지 가열한다. 가열은, 예를 들면 플라즈마 처리실 내에서 기판(10)을 탑재시키는 스테이지에 히터를 달고, 이 히터로 해당 스테이지마다 기판(10)을, 예를 들면 70 ~ 80℃로 가열함으로써 행한다. 예비 가열을 행함으로써, 다수의 기판에 플라즈마 처리를 연속적으로 행했을 경우에도, 처리 개시 직후와 처리 종료 직전에서의 플라즈마 처리 조건을 거의 일정하게 할 수 있다. 이것에 의해, 기판(10) 사이의 뱅크층(12)의 잉크 조성물에 대한 친화성을 균일화할 수 있고, 일정한 품질을 가지는 표시 장치를 제조할 수 있다. 또, 기판(10)을 미리 예비 가열해 둠으로써, 후의 플라즈마 처리에서의 처리 시간을 단축할 수 있다.

친잉크화 공정에서는, 대기 분위기 중에서 산소를 반응 가스로 하는 플라즈마 처리($O_2$ 플라즈마 처리)를 행한다. 구체적으로는, 뱅크층(12)을 포함한 기판(10)을 가열 히터 내장의 시료 스테이지 위에 탑재 배치하고, 여기에 플라즈마 상태의 산소를 조사한다. $O_2$ 플라즈마 처리의 조건은, 예를 들면 플라즈마 파워 100 ~ 800ｋＷ, 산소 가스 유량 50 ~ 100ｃｃ/ｍｉｎ, 기판 반송 속도 0.5 ~ 10ｍｍ/ｓｅｃ, 기판 온도 70 ~ 90℃의 조건으로 행해진다. 이 $O_2$ 플라즈마 처리에 의해, 투명 전극(11) 및 무기물 뱅크층(12ａ)의 노출면, 및 유기물 뱅크층(12ｂ)의 전체면에 수산기가 도입되어 친잉크성이 부여된다.

다음에, 발잉크화 공정에서는, 대기 분위기 중에서 테트라플루오르 메탄(4 불화 탄소)을 반응 가스로 하는 플라즈마 처리($CF_4$ 플라즈마 처리)를 행한다. 구체적으로는, 뱅크층(12)을 포함한 기판(10)을 가열 히터 내장의 시료 스테이지 위에 탑재 배치하고, 이것에 플라즈마 상태의 테트라플루오르 메탄(4 불화 탄소)을 조사한다. $CF_4$ 플라즈마 처리의 조건은, 예를 들면 플라즈마 파워 100 ~ 800ｋＷ, 테트라플루오르 메탄(4 불화 탄소) 가스 유량 50 ~ 100ＳＣＣＭ, 기판 반송 속도 0.5 ~ 10ｍｍ/ｓｅｃ, 기판 온도 70 ~ 90℃의 조건에서 행해진다. 또한, 처리 가스는 테트라플루오르 메탄(4 불화 탄소)에 한정하지 않고, 다른 탄화불소계의 가스를 사용할 수 있다. $CF_4$ 플라즈마 처리에 의해, 앞의 공정에서 친잉크성이 부여된 유기물 뱅크층에 불소기(基)가 도입되어 발잉크성이 부여된다. 유기물 뱅크층(12ｂ)을 구성하는 아크릴 수지, 폴리이미드 수지 등의 유기물은, 플라즈마 상태의 탄화불소를 조사함으로써, 용이하게 수산기가 불소기로 치환되어 발잉크화시킬 수 있는 것이다. 한편, 투명 전극(11) 및 무기물 뱅크층(12ａ)의 노출면도 이 $CF_4$ 플라즈마 처리의 영향을 다소 받지만, 친화성에 영향을 주는 일은 없다.

다음에, 냉각 공정으로서 플라즈마 처리를 위해 가열된 기판(10)을 실온에까지 냉각한다. 구체적으로는, 예를 들면 플라즈마 처리 후의 기판(10)을, 수냉 플레이트 위에 탑재 배치해 냉각한다. 플라즈마 처리 후의 기판(10)을 실온, 또는 소정의 온도(예를 들면 잉크젯 공정을 행하는 관리 온도)까지 냉각함으로써, 다음의 정공 주입/수송층 형성 공정을 일정한 온도에서 행할 수 있다. 이에 따라, 잉크젯법으로 정공 주입/수송층 재료를 포함한 액상체를 토출시킬 때에, 액체 방울을 일정한 용적으로 연속하여 토출시킬 수 있어, 정공 주입/수송층을 균일하게 형성할 수 있다.

상기의 플라즈마 처리 공정에서는, 재질이 다른 유기물 뱅크층(12ａ) 및 무기물 뱅크층(12ｂ)에 대하여, $O_2$ 플라즈마 처리와 $CF_4$ 플라즈마 처리를 차례로 행함으로써, 뱅크층(12)에 친잉크성의 영역과 발잉크성의 영역을 용이하게 설치할 수 있다.

다음에, 정공 주입/수송층 형성 공정에서는, 잉크젯법에 의해 정공 주입/수송층 재료를 포함하는 액상체(잉크 조성물)(15)를 투명 전극(11) 위의 개구부(13ａ)에 토출시킨 후에 건조 처리 및 열처리를 행하고, 정공 주입/수송층(16)을 형성한다. 또한, 이 정공 주입/수송층 형성 공정 이후는 수분, 산소가 없는 질소 분위기, 아르곤 분위기 등의 불활성 가스 분위기에서 행하는 것이 바람직하다. 도 2에 나타내는 바와 같이, 잉크젯 헤드(14)에 정공 주입/수송층 재료를 포함하는 액상체(잉크 조성물)(15)를 충전하고, 잉크젯 헤드(14)의 토출 노즐을 개구부(13ａ)에 대향시켜, 잉크젯 헤드(14)와 기판(10)을 상대 이동시키면서, 잉크젯 헤드(14)로부터 1 방울 당의 액량이 제어된 액상체(15)를 투명 전극(11) 위에 토출한다.

여기서 사용하는 액상체(15)로서는, 예를 들면, 폴리에틸렌 디옥시티오펜(ＰＥＤＯＴ) 등의 폴리티오펜 유도체와 폴리스티렌 술폰산(ＰＳＳ) 등의 혼합물을, 극성 용매에 용해시킨 잉크 조성물을 사용할 수 있다. 극성 용매로서는, 예를 들면 이소프로필 알코올(ＩＰＡ), 노말 부탄올, γ-부티로락톤, Ｎ-메틸 피롤리돈(ＮＭＰ), 1, 3-디메틸-2-이미다졸리디논(ＤＭＩ) 및 그 유도체, 카르비톨 아세테이트, 부틸카르비톨 아세테이트 등의 글리콜 에테르류 등을 들 수 있다. 또한, 정공 주입/수송층(16)의 재료에 대해서는, 적색(Ｒ)·녹색(Ｇ)·청색(Ｂ)의 각 발광층에 대해서 같은 재료를 사용하여도 좋고, 각 발광층마다 바꾸어도 좋다.

토출된 액상체(15)는, 개구부(13ａ)의 친잉크 처리된 투명 전극(11) 및 무기물 뱅크층(12ａ)에 퍼진다. 그리고, 액상체(15)가 소정의 토출 위치로부터 어긋나 유기물 뱅크층(12ｂ) 위에 토출되었다고 해도, 유기물 뱅크층(12ｂ)이 액상체(15)에 젖지 않고, 튕겨진 액상체(15)가 개구부(13ａ) 내로 굴러들어온다.

액상체(15)의 토출량은, 개구부(13ａ)의 크기, 형성하고자 하는 정공 주입/수송층의 두께, 액상체(15) 중의 정공 주입/수송층 재료의 농도 등에 의해 결정된다. 또, 액상체(15)는 1회뿐만 아니라, 몇 차례로 나누어 동일한 개구부(13ａ)로 토출해도 좋다. 이 경우, 각 회에서의 액상체(15)의 양은 동일해도 좋고, 각 회마다 잉크량을 바꾸어도 좋다. 또한, 동일한 개구부(13ａ) 내의 동일 부분뿐만 아니라, 각 회마다 개구부(13ａ) 내의 다른 부분에 액상체(15)를 토출해도 좋다.

다음에, 도 3에 나타내는 바와 같이, 토출 후의 액상체(15)를 건조 처리하여 액상체(15)에 포함되는 극성 용매를 증발시킴으로써, 정공 주입/수송층(16)을 형성한다. 이 건조 처리는, 예를 들면 질소 분위기 중, 실온에서 압력을 133.3Ｐａ(1Ｔｏｒｒ) 정도로 하여 행한다. 압력이 너무 낮으면 액상체(15)가 갑자기 증발해 버리므로 바람직하지 않다. 또, 액상체(15)는 뱅크(12) 둘레의 벽면에도 약간 잔류하여 부착하지만, 온도가 실온을 넘으면 극성 용매의 증발 속도가 높아져서, 이 잔류 부착량이 과잉이 되어 버린다. 따라서, 건조 처리의 온도는 실온 이하로 하는 것이 바람직하다. 건조 처리 후는, 질소 중, 바람직하게는 진공 중에서 200℃에서 10분 정도 가열하는 열처리를 행함으로써, 정공 주입/수송층(16) 내에 잔존하는 극성 용매나 물을 제거하는 것이 바람직하다.

상기의 정공 주입/수송층 형성 공정에서는, 토출된 액상체(15)가 친잉크성의 투명 전극(11) 및 무기물 뱅크층(12ａ)의 노출면부에 융합되는 반면, 발잉크 처리된 유기물 뱅크층(12ｂ)에는 거의 부착하지 않기 때문에, 액상체(15)가 유기물 뱅크층(12ｂ) 위에 잘못하여 토출되었을 경우에도, 액상체(15)가 튕겨져 투명 전극(11) 및 무기물 뱅크층(12ａ)의 노출면부에 굴러들어온다. 이에 따라, 투명 화소 전극(11) 위에 정공 주입/수송층(16)을 확실하게 형성할 수 있다.

다음에, 발광층 형성 공정에서는, 상술한 본 발명의 발광 재료(17)를 잉크 조성물로서 사용하고, 잉크젯법에 의해 도 4에 나타내는 바와 같이 상기 정공 주입/수송층(16) 위에 토출한다. 또한, 발광층을 형성하기 위한 발광 재료로서는, 적색(Ｒ), 녹색(Ｇ), 청색(Ｂ)의 각 색에 대응한 재료(잉크 조성물) 모두에 대해서 상기 본 발명의 발광 재료를 사용하지 않고, 이들 중 1종 또는 2종에 대해서는 종래부터 사용되고 있는 단성분계의 발광 재료, 예를 들면 형광 발광 재료(형광 재료)를 사용할 수도 있다.

이러한 단성분계의 발광 재료로서는, 플루오렌계 고분자 유도체나, (폴리)파라페닐렌비닐렌 유도체, 폴리페닐렌 유도체, 폴리플루오렌 유도체, 폴리비닐카르바졸, 폴리티오펜 유도체, 페릴렌계 색소, 크마린계 색소, 로다민계 색소 등을 사용할 수 있다.

그리고, 이들 발광 재료(17)를 상기 정공 주입/수송층(16) 위에 토출한 후, 각 발광 재료마다 건조 처리함으로써, 도 5에 나타내는 바와 같이 발광층(18ａ, 18ｂ, 18ｃ)을 차례로 형성한다. 여기서, 건조 처리에서는, 특히 발광 재료로서 상술한 본 발명의 발광 재료를 사용했을 경우, 상기의 본 발명에서의 소정 온도를 건조 온도로서 건조함으로써, 발광층(18ａ, 18ｂ, 18ｃ)을 형성한다. 이와 같이 하여 건조함으로써, 특히 본 발명의 발광 재료로부터 형성된 발광층(17)은, 상술한 바와 같이, 각 막 형성 성분(용질)이 상 분리를 일으키지 않고, 배합된 소망비로 균일하게 혼재한 것이 된다. 즉, 단일 화소 내(뱅크

층(12) 내)에서, 각 막 형성 성분이 가지런하고 균일하게 서로 섞인 상태가 되는 것이다. 또한, 건조할 즈음해서는, 특히 상기 소정 온도가 실온 정도인 경우, 가열 건조하지 않고 진공 건조나 감압 건조를 채용함으로써, 신속하고 양호하게 발광층(18a, 18b, 18c)을 형성할 수 있다.

그 다음에, 음극 형성 공정에서는, 도 6에 나타내는 바와 같이 발광층(18a, 18b, 18c) 및 유기물 뱅크층(12b)의 전체면에, 음극(19)을 형성한다. 음극(19)은, 복수의 재료를 적층하여 형성해도 좋다. 예를 들면, 발광층에 가까운 측에는 일 함수가 작은 재료로 형성하는 것이 바람직하고, 예를 들면 Ca, Ba 등을 사용하는 것이 가능하다. 또, 상부측(밀봉측)에는 하부측(발광층측)의 음극층보다도 일 함수가 높은 것이 바람직하고, 예를 들면 Al막, Ag막, Mg/Ag 적층막 등으로 이루어지는 것이 바람직하다. 또, 그 두께는, 예를 들면 100 ~ 1000nm의 범위가 바람직하고, 특히 200 ~ 500nm 정도가 좋다. 이들 음극(음극층)은, 예를 들면 증착법, 스퍼터법, CVD법 등으로 형성하는 것이 바람직하고, 특히 증착법으로 형성하는 것이 발광층(18a, 18b, 18c)의 열에 의한 손상을 방지할 수 있다는 점에서 바람직하다. 또, 음극(19) 위에, 산화 방지를 위해 SiO, $SiO_2$, SiN 등의 보호층을 설치해도 좋다.

마지막에 밀봉 공정에서는, 음극(19) 위의 전체면에 열경화 수지 또는 자외선 경화 수지로 이루어지는 밀봉재를 도포하여 밀봉층(20)을 형성한다. 또한, 밀봉층(20) 위에 밀봉용 기판(도시 생략)을 적층한다. 밀봉 공정은 질소, 아르곤, 헬륨 등의 불활성 가스 분위기에서 행하는 것이 바람직하다. 대기 중에서 행하면, 반사층에 핀 홀 등의 결함이 생겨 있었을 경우에 이 결함 부분으로부터 물이나 산소 등이 음극(19)에 침입해 음극(19)이 산화될 우려가 있으므로 바람직하지 않다. 이와 같이 하여, 도 6에 나타내는 유기 EL 장치(100)를 얻을 수 있다.

이와 같이 하여 얻어진 유기 EL 장치(100)에서는, 상술한 바와 같이 발광층(17)이 각 막 형성 성분(용질) 사이에 상 분리를 일으키지 않고, 배합된 소망비로 균일하게 혼재한 것으로 되어 있으므로, 양호한 발광 특성을 가지는 것이 된다.

또한, 본 발명의 유기 EL 장치는, 상기 실시 형태로 한정되지 않고, 여러 가지의 변형이 가능하다. 예를 들면, R, G, B의 발광층을 구비함으로써 풀 컬러 표시로 하고 있지만, 이중 어느 하나의 단색광만을 발광하도록 하여, 광원으로서 사용할 수도 있다. 또, 특히 광원으로서 상기 유기 EL 장치(100)를 사용하는 경우, 상기 R, G, B의 발광층(18a, 18b, 18c)을 동시에 발광시킴으로써, 백색광을 출사하는 백색 광원으로 하는 것도 가능하다.

다음에, 상기의 유기 EL 장치(100)를 표시부로서 구비한 전자 기기의 구체적인 예에 대해 설명한다. 도 7(a)는, 휴대 전화의 일례를 나타낸 사시도이다. 도 7(a)에서, 부호 600은 휴대 전화 본체를 나타내고, 부호 601은 표시부로서의 상기 유기 EL 장치를 나타내고 있다. 도 7(b)는, 워드프로세서, PC 등의 휴대형 정보처리 장치의 일례를 나타낸 사시도이다. 도 7(b)에서, 부호 700은 정보처리 장치, 부호 701은 키보드 등의 입력부, 부호 703은 정보처리 장치 본체, 부호 702는 표시부로서의 상기 유기 EL 장치를 나타내고 있다. 도 7(c)는, 손목시계형 전자 기기의 일례를 나타낸 사시도이다. 도 7(c)에서, 부호 800은 시계 본체를 나타내고, 부호 801은 표시부로서의 상기 유기 EL 장치를 나타내고 있다. 본 실시 형태에 의하면, 발광 특성이 뛰어난 표시 장치를 구비하는 전자 기기가 된다.

## 발명의 효과

본 발명에 의하면 복수의 성분이 상 분리를 일으키지 않고, 원하는 비로 균일하게 혼재하는 발광층의 형성을 가능하게 하는 발광 재료와 이것을 사용한 유기 EL 장치의 제조 방법, 유기 EL 장치를 제공할 수 있다.

## (57) 청구의 범위

### 청구항 1.

액상법에 의한 성막에 사용되는 성막 재료이고, 또한 발광층을 형성하기 위한 발광 재료로서,

복수의 막 형성 성분과 이들 막 형성 성분을 용해하는 용매로 이루어지는 용액이고,

형성하는 발광층 안에서의 각 막 형성 성분의 소망비에 편중되고, 상기 각 막 형성 성분이 상기 소망비와 거의 같은 비로 조제되어 상기 용매에 용해되어 있으며,

상기 용액의 소정 온도에서의 상기 각 막 형성 성분의 포화 농도가 상기 편중에 대응하여 편중되어 있는 것을 특징으로 하는 발광 재료.

## 청구항 2.

제 1 항에 있어서,

상기 막 형성 성분이 2종류이며, 형성하는 발광층 안에서의 각 막 형성 성분의 소망비가 x : y (단, x > y )라고 하면, 상기 용액의 상기 소정 온도에서의 상기 각 막 형성 성분의 포화 농도의 비가 ( x ±0.2 x ) : y 인 것을 특징으로 하는 발광 재료.

## 청구항 3.

제 1 항 또는 제 2 항에 있어서,

상기 막 형성 성분이 인광 재료에서의 호스트(host) 성분과 게스트(guest) 성분인 것을 특징으로 하는 발광 재료.

## 청구항 4.

제 1 항에 있어서,

상기 발광 재료가 액체 방울 토출법에 의한 성막에 사용되는 재료인 것을 특징으로 하는 발광 재료.

## 청구항 5.

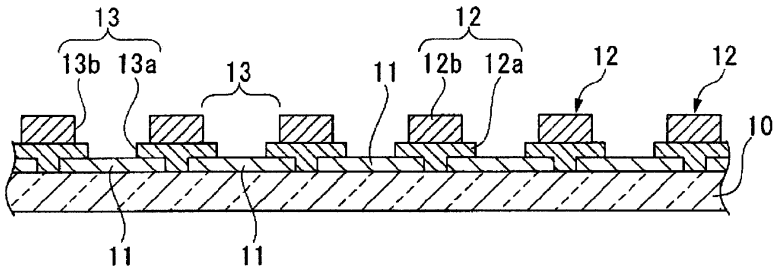
제 1 항에 기재된 발광 재료를 사용하여 성막하고, 그 후 상기의 소정 온도에서 건조함으로써 발광층을 형성하는 것을 특징으로 하는 유기 E L 장치의 제조 방법.

## 청구항 6.

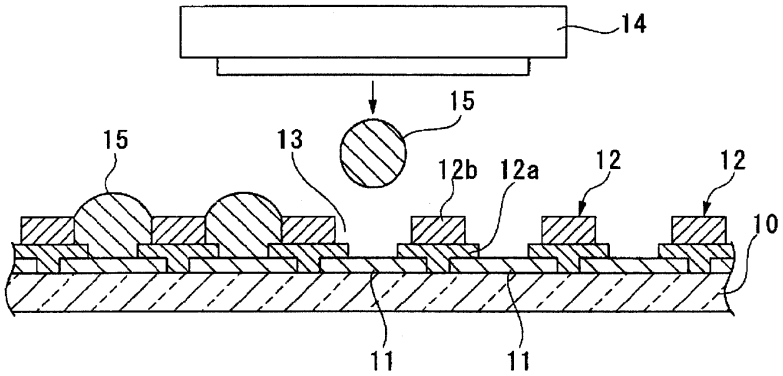
제 5 항에 기재된 유기 E L 장치의 제조 방법에 의해 얻어진 유기 E L 장치.

도면

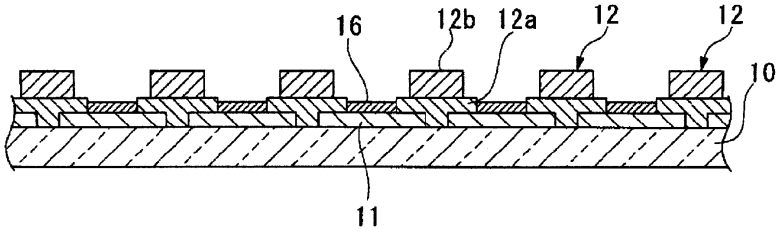
도면1



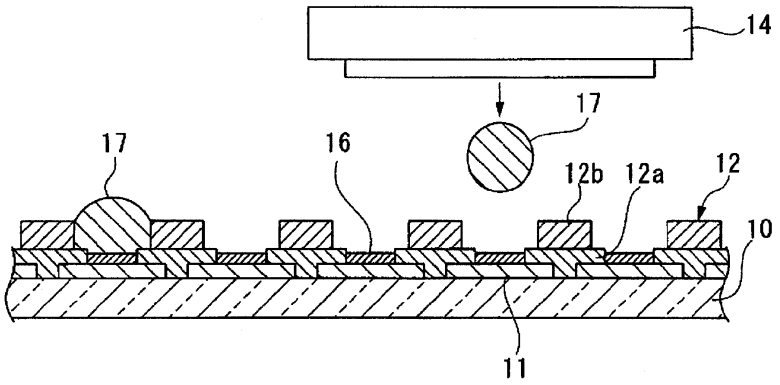
도면2



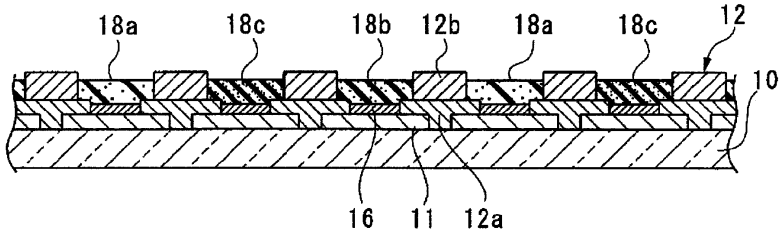

도면3



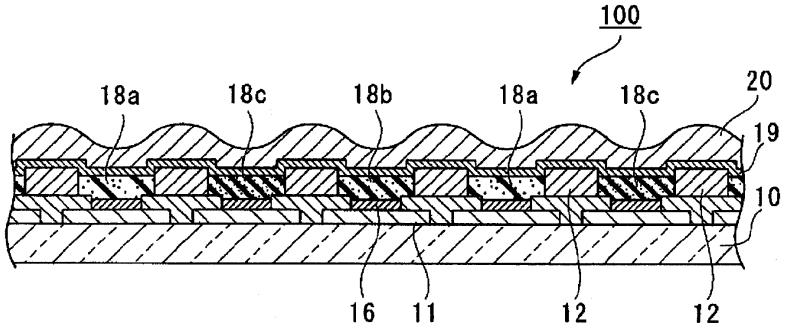

도면4



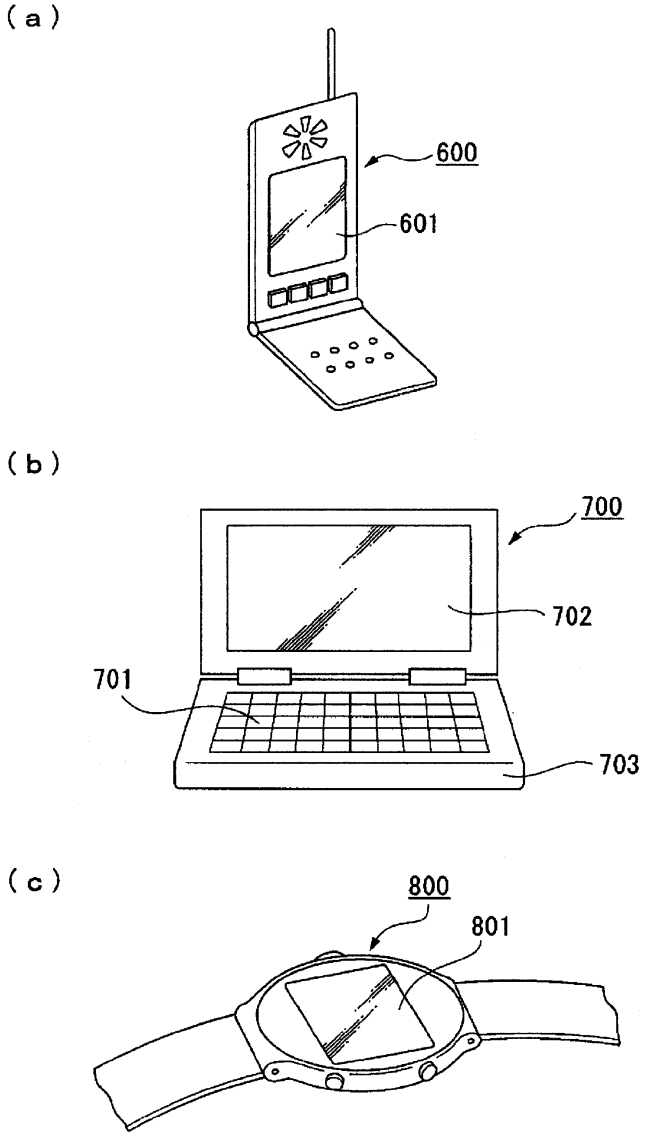

도면5



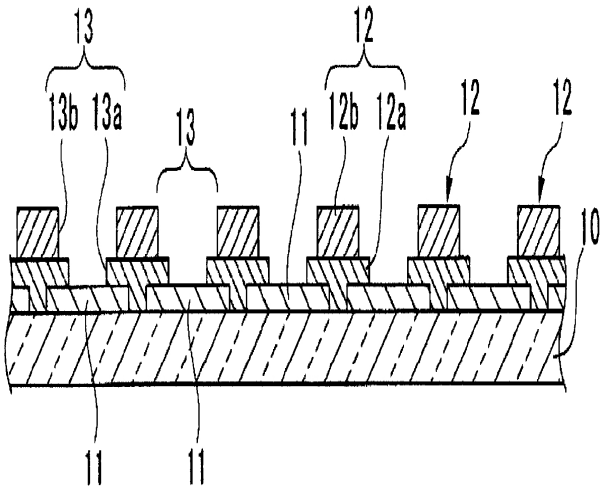
도면6


100
18a
18c
18b
18a
18c
20
19
10
16
11
12
12

도면7


(a)
600
601
(b)
700
702
701
703
(c)
800
801

| | | | |
|---|---|---|---|
| 专利名称(译) | 发光材料和有机EL器件及其制造方法 | | |
| 公开(公告)号 | KR1020060060541A | 公开(公告)日 | 2006-06-05 |
| 申请号 | KR1020050075481 | 申请日 | 2005-08-18 |
| [标]申请(专利权)人(译) | 精工爱普生株式会社 | | |
| 申请(专利权)人(译) | 精工爱普生株式会社 | | |
| 当前申请(专利权)人(译) | 精工爱普生株式会社 | | |
| [标]发明人 | FUKASE AKIO | | |
| 发明人 | FUKASE, AKIO | | |
| IPC分类号 | H05B33/10 | | |
| CPC分类号 | H05B33/10 H01L51/0007 H01L51/56 H01L51/0005 H01L51/0085 H01L27/3211 H01L51/5016 | | |
| 代理人(译) | MOON，KI桑 | | |
| 优先权 | 2004347203 2004-11-30 JP | | |
| 其他公开文献 | KR100706093B1 | | |
| 外部链接 | Espacenet | | |


摘要(译)

本发明的目的是提供一种能够形成发光层的发光材料，其中多种组分不会引起相分离并以所需比例均匀混合，提供了一种使用该发光层的有机EL装置的制造方法，以及有机EL装置。 是用于通过液相法成膜的成膜材料，并且是用于形成发光层的发光材料。将包含多种成膜组分和能够溶解这些成膜组分的溶剂的溶液施加到要形成的发光层中的每种成膜组分的所需比例，并溶解在溶剂中。在溶液的预定温度下每种成膜组分的饱和浓度被偏置以对应于所需比率的偏置比。 1 指数方面 发光材料，有机EL器件，液体，成膜组件